

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-151515

(43)Date of publication of application : 11.06.1996

(51)Int.Cl.

C08L 77/00
A01N 25/08
A01N 59/16
C01B 39/26
C08K 3/34
D01F 6/60
D01F 6/90

(21)Application number : 06-295477

(71)Applicant : TORAY IND INC

(22)Date of filing : 30.11.1994

(72)Inventor : SUZUKI AKIRA
YANO NORIYASU

(54) ANTIMICROBIAL POLYAMIDE COMPOSITION, ITS PRODUCTION AND PRODUCTION OF ANTIMICROBIAL POLYAMIDE YARN

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an antimicrobial polyamide composition, having both excellent antimicrobial properties and whiteness, providing a molded article such as antimicrobial yarn capable of extremely improving moldability without lowering its whiteness, consequently useful for various uses such as antimicrobial fibers attaching great importance to coexistence of antimicrobial properties and coexistence of color tone and moldability.

CONSTITUTION: The particle size of high silica mordenite supporting 5-15wt.% of silver ion is adjusted to $\geq 0.1\mu\text{m}$ number-average particle diameter and $\leq 20\text{wt.}\%$ particles having $\geq 1\mu\text{m}$ particle diameter. The particles are substantially added to a polymerization process of a polyamide to produce an antimicrobial polyamide composition having 2-40wt.% of the particles based on the total amount of the component. The antimicrobial polyamide composition is mixed with a polyamide not containing an antimicrobial zeolite to concentrate the concentration of the antimicrobial zeolite and the blend is subjected to melt spinning to produce an antimicrobial polyamide yarn.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-151515

(43) 公開日 平成8年(1996)6月11日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 77/00	K K T			
A 0 1 N 25/08				
59/16	A			
C 0 1 B 39/26				
C 0 8 K 3/34				

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平6-295477	(71) 出願人	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
(22) 出願日	平成6年(1994)11月30日	(72) 発明者	鈴木 晃 愛知県名古屋市中区堀越1丁目1番1号 東レ株式会社愛知工場内
		(72) 発明者	矢野 哲康 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東 レ株式会社名古屋事業場内

(54) 【発明の名称】 抗菌性ポリアミド組成物、その製造方法、及び抗菌性ポリアミド繊維の製造方法

(57) 【要約】

【構成】 銀イオンを5～15重量%担持した高シリカモルデナイトの粒度を、数平均粒子径が0.1 μ m以上でかつ粒子径1 μ mを越えた粒子の割合が20重量%以下になるように調整し、これを実質的にポリアミドの重合工程で添加することにより組成物全重量に対する割合が2～40重量%である抗菌性ポリアミド組成物を製造する。この抗菌性ポリアミド組成物と抗菌性ゼオライトを含有しないポリアミドとを混合することにより、抗菌性ゼオライトの濃度調整を行った後、溶融紡糸して抗菌性ポリアミド繊維を製造する。

【効果】 抗菌性ポリアミド組成物は抗菌性及び白度がともに優れる。この抗菌性ポリアミド組成物から得られる抗菌性繊維等の成形品は、その白度を低下させることなく成形性を大幅に向上させることができる。従って、抗菌性ととも色調と成形性との両立が重視される抗菌性繊維等の各種用途に有用である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 銀イオンを 5～15 重量% 担持したゼオライト粒子を組成物全重量に対し 2～40 重量% 含有するポリアミド組成物であって、前記ゼオライト粒子が高シリカモルデナイトであって、その数平均粒子径が 0.1 μm 以上であり、かつ、粒子径 1 μm を越えた粒子の割合が 20 重量% 以下であることを特徴とする抗菌性ポリアミド組成物。

【請求項 2】 高シリカモルデナイトのシリカ/アルミナ モル比 (R) が $1.4 < R < 2.5$ であることを特徴とする請求項 1 記載の抗菌性ポリアミド組成物。

【請求項 3】 ゼオライト粒子の数平均粒子径が 0.2 μm 以上であり、かつ、粒子径 1 μm を越えた粒子の割合が 15 重量% 以下であることを特徴とする請求項 1 記載の抗菌性ポリアミド組成物。

【請求項 4】 組成物全重量に対するゼオライト粒子の割合が 8～20 重量% であることを特徴とする請求項 1 記載の抗菌性ポリアミド組成物。

【請求項 5】 銀イオンを 5～15 重量% 担持したゼオライト粒子を実質的に重合完了前の段階でポリアミド重合原料に混合して組成物全重量に対する前記ゼオライト粒子の割合が 2～40 重量% である抗菌性ポリアミド組成物を製造する方法において、前記ゼオライト粒子が、銀イオンを担持させた後に、洗浄処理され、スラリー状で微細化処理され、次いで、濾過処理により粒子径 1 μm を越えた粒子が 20 重量% 以下まで除去されることにより得られたゼオライト粒子であることを特徴とする抗菌性ポリアミド組成物の製造方法。

【請求項 6】 ゼオライト粒子にシリカ/アルミナのモル比 (R) が $1.4 < R < 2.5$ の高シリカモルデナイト粒子を使用することを特徴とする請求項 5 記載の抗菌性ポリアミド組成物の製造方法。

【請求項 7】 請求項 1 記載の抗菌性ポリアミド組成物と前記ゼオライト粒子を含有しないポリアミドとの混合によりゼオライト粒子の濃度調整をした後、溶融紡糸することにより抗菌性ポリアミド繊維を製造することを特徴とする抗菌性ポリアミド繊維の製造方法。

【請求項 8】 巻取速度 3500 m/分以上の高速紡糸によって、単糸 5 d 以下の抗菌性繊維を製糸することを特徴とする請求項 7 記載の抗菌性ポリアミド繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、抗菌性ポリアミド組成物、その製造方法、及び、それからなる抗菌性ポリアミド繊維の製造方法の改良に関するものである。更に詳しくは、その抗菌性ポリアミド組成物や抗菌性ポリアミド繊維の白度及び加工性を改善することに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 銀、銅、亜鉛等の金属イオンを担持した抗菌性を有するゼオライト粒子は、抗菌性、安全性、及び耐熱性が良好なことから種々の樹脂に配合され、繊維、フィルム、各種容器等の身近な樹脂成形物に耐久性のある抗菌性を付与する原料として広範囲に利用されている（特開昭 59-133235 号公報等）。

【0003】 しかし、ゼオライト粒子を樹脂に配合して成形物を製造する場合、その成形物の接触走行によって接触する装置部分が摩耗し易いという問題がある。例えば、繊維の場合、製糸や後加工の工程において繊維はガイド類等を接触走行するが、その際の接触点がガイド類等の一部分に集中するので、ゼオライトよりも硬度が高いアルミナやジルコニア等のセラミックス製のガイドを使用しても、摩耗が容易に生じてしまうという問題点があった。また、かかるゼオライト粒子は他の粒子に比べ凝集力が強いので紡糸バック内の圧力を急速に上昇させ易いという問題点もあった。そのために、ゼオライト粒子を配合した繊維の場合、良好な製糸性が得られ難いという問題点があった。

【0004】 さらにその上、かかるゼオライト粒子は比重が小さいために、酸化チタン粒子の微細化の場合のような粉碎や分級によっては十分な程度まで微細化することが非常に困難である。それ故、従来の繊維配合微粒子と同様の手段で微細化して配合しても、1 μm を越えるような比較的大きな微粒子が樹脂組成物中に多量に配合されてしまい易いという問題点があり、前記のようなトラブルの改善を一層困難としていた。

【0005】 そこで、特公平 1-164721 号公報では、特定の溶媒中で合成した粒子径 10 μm 以下のゼオライト粉末から抗菌性を有するゼオライトを製造する方法が提案され、粉碎することで粒度調整してから樹脂に練り込み、繊維等を成形する方法が記載されている。しかし、機械等の粉碎処理によって微細化させても、ゼオライト粒子を十分な程度まで微細化することは難しい。さらに、金属イオンを担持する抗菌性ゼオライトは、機械的に無理に粉碎して微細化するとゼオライト粒子自体の白度が低下してしまうので、配合した樹脂の色調が悪化するという問題点が生じ、好ましい方法ではなかった。

【0006】 また、特公平 1-15314 号公報では、予め最大粒子径を 0.4 μm 以下に調整した A 型ゼオライト粒子を合成し、これに抗菌性金属イオンを担持させて抗菌性を有するゼオライトを製造する方法が提案されている。しかし、ゼオライトの粒子径が微細過ぎるためにゼオライト合成後に、分散性を維持したまま反応系からゼオライト粒子を単離することが困難である。しかも、A 型ゼオライトのようにシリカ/アルミナのモル比が小さいゼオライトは、熱安定性が低く、また凝集し易いという欠点があるので、抗菌性金属イオンを担持させたり樹脂に練り込む際に粒子が二次凝集してしまい、安

定した微細ゼオライト粒子は得難いという問題点があった。さらに、A型ゼオライトは、表面に担持した金属イオンが不安定で変色し易いという欠点があり、特に微粒化が進むほどこの傾向が著しくなるため、樹脂の色調悪化を十分に改善することは困難であった。

【0007】また、白度及び粒子分散性を同時に改良するために、シリカ／アルミナのモル比を高目に設定することで凝集性を改善し、抗菌性を有するゼオライト粒子を配合した樹脂組成物を製造する方法が提案されている（特開平3-205436号公報）。これによれば白度及び凝集性はある程度改善できるものの、微粒化の改善は十分でない。従って、ゼオライト粒子の配合量を多くしたり、成形物を連続して製造する場合には十分な改善効果はみられず、色調とともに成形性をさらに改善することが要求されていた。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は、従来技術では解決できなかった前記のような問題点を解消し、抗菌性及び色調に優れるとともに、連続的な成形を良好に行える抗菌性ポリアミド組成物を提供することを

【0009】併せて、工程通過時の装置摩耗が小さく、白度と強度特性に優れており、通常の方法による紡績、仮燃、編成あるいは製織等の高次加工性にも優れた抗菌性ナイロン繊維を提供することを別な目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため、本発明者らは、組成と構造を特定したゼオライトを用いることにより、粒子の分散性を改善するとともに、微粒化の方法を改良することにより、抗菌性ゼオライト粒子の白度を維持したまま十分に微細な粒度分布を達成でき、さらにこれをポリアミドに配合して抗菌性ポリアミド組成物を製造すれば、その色調と成形性を十分に向上させることができることを見出した。

【0011】さらに、この抗菌性ポリアミドと、前記ゼオライトを含有しないポリアミドとを混合して溶融紡糸すれば、セラミック製のガイド等の摩耗が大幅に改善され、そして、抗菌性ナイロン繊維の白度、強度特性並びに高次加工性が向上できることを見出した。

【0012】即ち、本発明の抗菌性ポリアミド組成物は、銀イオンを5～15重量%担持したゼオライト粒子を組成物全重量に対し2～40重量%含有するポリアミド組成物であって、前記ゼオライト粒子が高シリカモルデナイトであって、その数平均粒子径が0.1μm以上であり、かつ、粒子径1μmを越えた粒子の割合が20重量%以下であることを特徴とする。

【0013】また、この抗菌性ポリアミド組成物は、銀イオンを5～15重量%担持したゼオライト粒子を実質的に重合完了前の段階でポリアミド重合原料に混合して組成物全重量に対する前記ゼオライト粒子の割合が2～

40重量%である抗菌性ポリアミド組成物を製造する方法であって、前記ゼオライト粒子として、銀イオンを担持させた後に、洗浄処理され、スラリー状で微粒化処理され、次いで、濾過処理により粒子径1μmを越えた粒子が20重量%以下まで除去されることにより得られたゼオライト粒子を用いることにより製造される。

【0014】さらにまた、本発明の抗菌性ポリアミド繊維は、上記抗菌性ポリアミド組成物と前記ゼオライト粒子を含有しないポリアミドとの混合によりゼオライト粒子の濃度調整をした後、溶融紡糸することにより本発明の抗菌性ゼオライト粒子は、ゼオライトのイオン交換可能な部位の一部または全部を銀イオンで置換することによって得られる。

【0015】また、銀イオンとともに、例えば銅、亜鉛など他の金属イオンを同時に担持する複合型の抗菌性ゼオライトを使用することもできるが、総重量の5～15%は抗菌活性の高い銀イオンであることが好ましい。5重量%未満では、高い抗菌性が得にくいためゼオライト粒子の樹脂への配合量を多くする必要があり、樹脂本来の特性が損なわれ易い。逆に15重量%を越えると飽和量に近い銀イオンを担持させるため抗菌性ゼオライトが変色し易くなり色調改善が困難である。

【0016】ゼオライト粒子への銀イオンの担持は、一般公知の方法が適用できる。例えばイオン交換による方法、揮発性のカルボニル錯体を用いる方法等によって行えばよく、なかでもイオン交換による方法は好ましい。

【0017】このような銀イオンの担体として用いるゼオライトは、組成や構造の異なる多くの種類が知られているが、本発明で用いるゼオライトは、アルミナに対するシリカの組成比が高く、かつモルデナイト型ゼオライトに属する高シリカモルデナイトが好適である。なかでもシリカ／アルミナのモル比が1.4を越えかつ2.5未満の範囲にあるものが好ましい。

【0018】シリカ／アルミナのモル比が小さ過ぎるとゼオライト表面のイオン性が強くなる。そのため、ゼオライト粒子が変色し易くなり、微粒化や組成物に配合する時、あるいは組成物を溶融成形する際に、得られる製品の色調が低下し、意図する調色を行うことが困難になる。さらに、ゼオライト粒子の分散性が低下し、粒度調整が難しくなる。逆にシリカ／アルミナのモル比が大き過ぎると銀イオンを担持する能力が低下するので、十分な抗菌効果を得ようとする、ゼオライト粒子を過剰に配合する必要があり、その結果、ベースポリマー本来の物性が損なわれることがある。

【0019】また、モルデナイト型ゼオライトは、結晶構造の異方性、網目構造内の大きな細孔径、比較的高い密度等の特徴により、他のゼオライトに比べて変色や凝集し難いため微粒化し易く、また、樹脂に配合して繊維等を成形する際に、セラミック製のガイドを摩耗しにくい特徴があり好適である。

【0020】かかる、高シリカモルデナイトは、合成して用いてもよいし、天然に存在するモルデナイトのシリカ/アルミナのモル比を、脱アルミ等の方法によって調整して用いてもよい。

【0021】このような合成あるいは天然のゼオライトは、通常、数 μm 以上の粗大粒子を多く含んでいるため微細化して用いられるが、本発明にかかるゼオライト粒子は、前記した特定範囲の粒子分布とすることが必要である。

【0022】まず第1に、数平均粒子径0.1 μm 以上、なかでも0.2 μm 以上に調整したものをを用いることが必要である。成形性向上やガイド磨耗防止のためには粒子径は小さい方が好ましいが、粒子径があまりにも小さ過ぎると担持する銀イオンが遊離し易くなり、また粒子表面の活性が高くなるため変色の原因となり不適当である。

【0023】さらに、粒子径1 μm を越える粒子が、ゼオライト粒子の全重量に対して20重量%以下、好ましくは15重量%以下にすることが必要である。即ち、粒子径1 μm を越えるゼオライト粒子が樹脂に多量に配合されると、製造上の種々の問題の原因となる。例えば、繊維を成形する際に紡糸バックのフィルタ部で堆積し、急速な濾圧上昇を引き起こす原因となる。また、繊維やフィルム等の成形物の表面に粒子径1 μm を越えるゼオライト粒子が多くなるため、成形物が接触走行する装置部位に磨耗が生じ易くなる等、成形物を連続して製造することが困難になる。

【0024】以上のように、ゼオライト粒子の粒子径を一定の大きさ以上に保ちながら、しかも1 μm を越える粒子の量を少なくすることによって、本発明の組成物は

目的とする色調と成形性を得ることができる。

【0025】かかる抗菌性ゼオライト粒子の粒子径を調整する方法は、ゼオライトの種類や樹脂への配合方法等によって適切な方法をとることができる。なかでも、粒子の取扱いの容易さから、ゼオライト粒子を液体に分散したスラリー状で微細化する方法が好ましい。特に、ポリアミドに配合する場合は水スラリー状で処理すれば、そのまま重合時に添加できることから好ましい。この際、スラリーの濃度はゼオライトを5~40重量%、好ましくは10~30重量%とやや低めにすればよい。濃度が高過ぎると粒子の分散が不十分となることがある。

【0026】抗菌性ゼオライトは比重が小さいため一般に微細化しにくいという、粒子を砕いて活性面が多く出たり、粒子が細くなり過ぎると変色し易い。従って、粒子の微細化は、変色をなるべく抑えるために、予め水や弱酸等で洗浄処理して表面の銀イオンを洗浄してから緩やかにスラリー状で粉碎処理し、次いで粗く分級処理して、数平均粒子径が1~2 μm 以下になるように粒度分布を調整し、その後さらに、1 μm を越える粒子を分離除去する方法が好ましい。かかる粉碎処理には、ハン

マミルやボールミルに代表されるような一般的な方法が適用できる。また、分級処理は、例えば自然沈降や遠心分級による方法を利用すればよい。さらに、分級後にスラリーを濾過処理して1 μm を越えた粒子を十分に除去すれば、その割合を20重量%以下になるように調整できる。濾過処理の方法は、例えばスラリーをそのまま目の細かいフィルターに通せばよい。またかかる濾過は1段でもよいし、徐々に目を細くするような多段処理でもよい。

【0027】本発明の前記ゼオライト粒子は、ポリアミド、ポリエステル、ポリオレフィン等の種々のポリマに配合できるが、特に、変色が少なく、重合時添加が容易で、分散性の良好な組成物が得られることから、ポリアミドが好適である。具体的には、ナイロン4、ナイロン6、ナイロン12、ナイロン66、ナイロン610、さらにこれらの共重合物などが例示できるが、成形可能なものであれば特に限定されない。

【0028】抗菌性ゼオライトのポリアミドに対する配合量は、一般に2~40重量%であればよく、抗菌性ゼオライトに担持されている銀イオンの量やポリアミドの種類、その組成物の使用法、それからの成形品の用途等によって最適な量を設定すればよい。例えば、抗菌性ゼオライトを含有しないポリアミドと混合して濃度調整する場合には8~40重量%のようにやや多めとすればよく、特に8~20重量%が好ましい。この配合量が多過ぎると粒子の分散性が低下したり、組成物の成形が難しくなるので実用的でない。

【0029】ゼオライト粒子のポリマへの配合方法は、ポリマの種類や配合量によって最適の方法を選択すればよいが、特に、ポリマの重合前の原料配合時や重合途中のような実質的なポリマの重合工程であって重合が完了する前の段階での添加が、均一な分散性を得る上で好ましい。

【0030】本発明の抗菌性ポリアミド組成物は、常法によって繊維、フィルム、板、容器、粒状物等の種々の形態に成形し、抗菌性成形品を製造すればよい。その際、組成物中に抗菌性ゼオライト粒子を高濃度に含有させておき、その成形前に、抗菌性ゼオライトを含有しない他のポリアミドとを混合することにより抗菌性ゼオライトの濃度調整を行えば、得られる抗菌性ポリアミド成形品の成形性を一層向上させることができる。かかる濃度調整によって成形品中に含有させる抗菌性ゼオライトの量は、成形品に対して、0.01~20重量%、好ましくは0.05~15重量%がよい。

【0031】得られる抗菌性ポリアミド組成物は成形性が良好であることから各種の用途に使用可能であるが、特にガイド等の装置部分の磨耗を改善する効果が大きく、さらに最終製品に至るまでの紡績、仮燃、編成あるいは製織等の高次加工性を向上できることから、抗菌性ポリアミド繊維を成形する場合に好適である。この場

合、単糸繊維が細い糸にはより好ましく、なかでも5 d以下が好ましく、特に4 d以下では大きな効果を発揮でき好ましい。

【0032】また本発明によれば抗菌性ポリアミド繊維の製糸は、通常使用される方法で行えばよく、用途や目的に応じてその方法を選ぶことができる。なかでも口金あたりの吐出量が多い場合や巻取速度が速い場合には好適である。特に、紡糸速度が3500 m/分以上の場合は極めて高い効果が発揮される。

【0033】また、本発明によって得られた抗菌性ナイロン繊維は、パンスト、タイツ、ソックス、ランジェリーなどの衣料用途、靴の内張り、椅子の裏張り、カーペットなどの資材用途、その他各種用途に好適に使用できる。

【0034】さらに必要に応じて、色調改善剤、艶消し剤、耐熱剤、耐光剤、分散剤、制電剤などの添加剤を樹脂組成物中に同時に含有させても良いし、成形時に添加することもできる。

【0035】

【実施例】以下本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

【0036】[実施例1、2及び比較例1、2、3]高シリカモルデナイト（シリカ／アルミナのモル比が16）を硝酸銀水溶液で処理して銀イオンを9.5重量%含有するモルデナイト型－抗菌性ゼオライトを得た。この抗菌性ゼオライトを水で十分に洗浄した後、濃度25重量%となるように攪拌しながら水に分散して水スラリーを得た。

*

表 1

粒度の調整方法	ゼオライトの結晶型	数平均粒子径 (μm)	粒子径 > 1 μm の割合 (重量%)	粒子の白度 (註1)
実施例1	モルデナイト型	0.29	12.6	○
実施例2	モルデナイト型	0.45	14.8	○
比較例1	モルデナイト型	0.49	22.8	○
比較例2	モルデナイト型	0.58	30.0	×
比較例3	A 型	0.82	61.0	△

注1： 粒子白度の判定 ○：微細化前と同等

△：微細化前よりやや劣る

×：微細化前より非常に劣る

【0042】次に、85重量%のε-カプロラクタム水溶液に固形分に対する添加量として、実施例2の方法で粒度調整したゼオライト粒子を5重量% (No. 1)、実施例1の方法で粒度調整したゼオライト粒子を10重量% (No. 2) 又は20重量% (No. 3)、また比較とし

*【0037】この水スラリーを、粒径2 mmのガラスビーズを充填し、主軸回転数530 rpmに調整したサンドグラインダー [アイメックス (株) 製] に、1回通して緩やかに粉碎した。次に、粉碎処理した水スラリーを20日間静置して粗大粒子を沈降させ分級処理した。さらに、分級後の水スラリーを5 μ又は10 μの焼結フィルターでそれぞれ濾過した (実施例1、2)。また濾過しない水スラリーを比較とした (比較例1)。

【0038】さらに比較として、前記実施例と同じモルデナイト型－抗菌性ゼオライトの水スラリーを、主軸回転数1580 rpmに調整したサンドグラインダーに3回通して粉碎し、次いで20日間静置して分級した。なお、焼結フィルターによる濾過は行わなかった (比較例2)。

【0039】また、A型ゼオライト (シリカ／アルミナのモル比が1.9) を硝酸銀水溶液で処理して銀イオンが2.4重量%含有するA型－抗菌性ゼオライトを得た。さらに、焼結フィルターによる濾過を行わないこと以外は実施例1と同様な方法で粉碎して分級した (比較例3)。

【0040】各方法で調整して得られた抗菌性ゼオライト粒子の白度を目視で観測した。また粒度分布を光透過式粒度分布測定器 (セイシン工業 (株) 製 SKA500) を用いて測定した。その結果は表1の通りであった。

【0041】

【表1】

て比較例1、2および3の抗菌性ゼオライトをそれぞれ10重量% (No. 4、5、6) となるように配合調整した。

【0043】No. 1～6のε-カプロラクタム水溶液を、それぞれ常法どおり加圧重合してチップ化し、抗菌

性ゼオライトを高濃度で含有する抗菌性ナイロン6チップを得た。得られた高濃度抗菌性チップの98%硫酸相対粘度(η_r)は、表2の通りであった。

【0044】

【表2】

表 2

No.	粒度の 調整方法	抗菌性ゼオライト 配合量(重量%)	相対粘度 (η_r)
1	実施例2	5	2.3
2	実施例1	10	2.2
3	実施例1	20	2.4
4	比較例1	10	2.3
5	比較例2	10	2.4
6	比較例3	10	2.3

【0045】【実施例3】No. 1~6の高濃度抗菌性チップと、抗菌性ゼオライトを含有しない通常のナイロン6チップとを、表3に示す割合で十分に混合した。また助剤としてヨウ化第1銅とヨウ化カリウムを混合チップに対して0.05重量%ずつ混合してから、常法により

巻取速度4000m/分で溶融紡糸して70デニール、24フィラメントの抗菌性ナイロン6フィラメント糸をドラム状に巻き取り、濾圧上昇、糸切れおよびアルミナ製セラミックガイドの摩耗状況から製糸性を評価した(各水準:5kg巻×40個)。

【0046】さらに比較として、抗菌性ゼオライト等を含有しない通常のナイロン6チップのみから上記と同じ方法で、同量のフィラメント糸をドラム状に巻き取った(No. 7)。

10 【0047】得られたドラムの表面白度をカラーメーター(日本電色工業(株)製 COROR MESURING SYSTEM)で測定した。

【0048】また、得られた糸をスピンドル方式による通常の方法で仮燃加工し、糸切れの発生するドラムの割合から加工性を評価した。

【0049】さらに、これらのフィラメント糸を常法により筒編地とし、抗菌性評価を、次のシェイク・フラスコ法によって行った。

【0050】抗菌性の評価: 試料布帛に試験菌(黄色ブドウ球菌)の懸濁緩衝液を注加し、密閉容器中で150回/分、1時間振盪後の生菌数を計測し、注加懸濁液の菌数に対する減少率差(%)を求める。

【0051】

【表3】

表 3

No.	粒子配合条件		製糸性評価			繊維特性					
	抗菌性 チップ 混合率 (%)	ゼオラ イト粒 子濃度 (wt%)	濾圧上昇率 (t _g /cm ² ・日)	ガイド 磨耗の 程度	糸切れ 発生率 (回/100・日)	物性		白度		仮燃加工 糸切れ率 (%)	
						強度 (g/d)	伸度 (%)	明度 (L値)	黄色度 (YI値)		
1	4.0	0.2	2.5	無	0.2	4.7	65	80.0	6.2	95	5.0
2	3.0	0.3	1.5	無	0.0	4.6	64	81.7	6.0	97	2.5
3	2.0	0.4	1.0	無	0.2	4.6	64	83.2	5.5	98	5.0
4*	3.0	0.3	10.5	小	1.5	4.5	65	80.7	6.0	98	12.5
5*	2.0	0.2	15.0	大	3.0	4.0	63	76.3	9.5	89	15.0
6*	15.0	1.5	80.0	大	5.2	3.5	53	73.5	11.0	53	22.5
7*	0	0	1.0	無	0.2	4.8	64	87.0	4.3	0	2.5

*: 比較例

【0052】表3に示すように、粒度調整が不十分で白度の低い抗菌性ゼオライト粒子を使用した比較例(No. 4、5、6)に比べ、本発明による抗菌性チップ使用の場合(No. 1~3)は、繊維中の粒子濃度を高くして高速製糸を実施した場合でも製糸時の濾圧上昇とガイド摩擦が大幅に軽減され、糸切れも非常に少ないものであった。しかも、得られた抗菌性繊維は物性、白度及び抗菌性がともに優れ、仮燃加工性も抗菌性チップを添加しない場合(No. 7)とほぼ同等と優れていた。

【0053】また、抗菌性チップを添加しない場合(No. 7)は、当然のことながら抗菌性を得ることができなかった。

【0054】

【発明の効果】本発明によると次の効果が得られる。

【0055】銀イオンを担持した抗菌性ゼオライトを配合させてなる抗菌性ナイロン組成物は、抗菌性及び色調を低下させることなく成形性を大幅に向上できる。

【0056】なかでも、白度と成形性がともに良好であることが重要視され、高次通過性も要求される抗菌性繊維用として特に有用であり、例えば、ランジェリー、下着類のような衣料類、ストッキング、タイツやソックスのような靴下製品類、カーペットのような室内装飾品類等に好適である。また、抗菌性のフィルム、板、容器、粒状物等の各種用途にも有用である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

D 0 1 F 6/60

6/90

識別記号

3 0 1 G

3 0 1

弁内整理番号

F 1

技術表示箇所